



TITLE:

# 粉碎鐵粉末燒鈍機構の X 線的研究

AUTHOR(S):

平田, 秀樹; 藤平, 秀清; 藤井, 榮一

---

CITATION:

平田, 秀樹 ...[et al]. 粉碎鐵粉末燒鈍機構の X 線的研究. 化学研究所講演集 1947, 16: 26-28

ISSUE DATE:

1947-12-30

URL:

<http://hdl.handle.net/2433/73835>

RIGHT:

無を吟味した。之等の炭酸鹽の場合には有機化合物の場合に比し細菌の繁殖に時日を要したが、相當顯著な成育を遂げ得たので炭酸同化作用を営むことを結論し得た。

一方窒素榮養源としてはアスパラギンよりも  $\text{NH}_4\text{Cl}$  の方が好適であり、更に硫化水素の發生現象は從來知られて居る硫酸鹽及びチオ硫酸鹽のみならず、亞硫酸鹽並びに硫黃の還元によつても行はれることを指摘し得た。

從て *Microspira desulfuricans* は無機榮養的性質を有すべく、この性質はこの種の硫黃細菌によつてガス溜中で硫化水素が發生する可能性が推論されるのである、殊に *Microspira desulfuricans* は我國に於て極めて廣汎な所在を示すことはアムモニア合成工場の廢水及び各地の河水、海水等12種の試料に就てこの種の細菌の實在を確證し得たことによつて明瞭であらう。

次に斯かる硫黃細菌による硫化水素の發生防止策として從來土壤、河底等に就て行はれる方法は空氣接觸法によつて細菌の作用を弱勢ならしめることであるが、この方法はガス溜には適用し得ない、一方この細菌の死滅溫度は  $55^\circ\text{C}$ 、30分で繁殖の最適溫度は  $25\sim 28^\circ\text{C}$  を示し比較的高溫に對する抵抗性が弱い、低溫で繁殖をなし得る性質を有する故、溫度管理による防止對策も亦ガス溜では實行し難い、然しこの細菌の繁殖の最適 pH は  $6.1\sim 8.5$  で限界 pH は  $5.5$  及び  $9.6$  である。即ちアルカリに對する抵抗性は強いが酸に敏感である性質を利用すれば本菌の繁殖、換言すればガス溜に於ける硫化水素の發生を防止し得ると考へられるのでガス溜の Sealed water を硫酸で微酸性 (pH  $4.3$  以下) となすことが防止對策の一手段であることを提案する次第である。

## 粉粹鐵粉末燒鈍機構の X 線的研究

平 田 秀 樹  
藤 平 秀 清  
藤 井 榮 一

### 序 論

金屬粉末の燒結機構に關しては既に十數年以前から種々論議せられて來た。夫れに拘らず、今日に到るも未だ確乎たる定説が見出されて居ない。是れ、主として上記の機構に直接關聯あ

る基本的現象に就て尙ほ實驗結果が十分に得られて居らぬ事に因るものと考へられる。此點に鑑み、吾々は既に種々な金屬粉末の燒結に關して行はれた諸研究<sup>1)</sup>の補足として、機械的方法によつて製作せられた鐵粉末の燒鈍に因る内構變化過程の X 線的査察に着手したのであつた。次に斯くして得た實驗結果の概略に就て述べよう。

## 實 驗

i) 實驗方法 本研究に用ひた試料は京都帝國大學荒勝教授の考案指示に従ひ、福田金屬粉並に大和商會の工場に於て廻轉粉碎機及び胴搗器によつて機械的に製作した燒結用粉碎鐵粉末 (C 含有量 0.04% 以下、直徑 0.4mm~0.15mm~0.06mm) である。之等の鐵粉末は X 線査察をなす以前に豫め真空中或は  $H_2$  氣流中に於て 800°C 以下の種々な溫度で特殊な場合を除き、各々 1 時間燒鈍した。而して、各試料の内構が燒鈍溫度の高低に因り、原料鐵粉のそれに較べて如何様に變化したかを驗べる爲め、X 線査察を行つたのであつた。此 X 線査察に於ては、主として Mo 或は Fe 對陰極から放射せられた示性 X 線を含む不均質 X 線々束を用ひ、普通の Laue 法並に高角度背面反射 Laue 法を採用した。

ii) 實驗結果 前述の X 線査察に於て、各種の原料鐵粉並に燒鈍鐵粉から得られた X 線干涉圖形は何れも 1 組の Debye 環より成つて居た。之等の Debye 環としては、普通の法に準據した場合示性 X 線の (110) 反射に對應したものが、又高角度背面反射 Laue 法に準據した場合 (220) 反射、或は時に (310) 反射に對應するものが夫々觀測せられたが、斯る Debye 環は假令 1 粒の而も燒鈍せられた鐵粉からでも得られた。従つて、本研究に用ひた鐵粉末の個々の粒子が少くとも大部分、燒鈍操作後と雖も微結晶の不規則な聚積より成る所謂多結晶組織 (Polycrystalline structure) のものなるは疑を容れぬ。

尙、加熱前の原料鐵粉から生じた環は何れも可なり増幅し、 $ka_1$ 、と  $ka_2$ 、とに因る兩環が常に融合して居た。併し斯る Debye 環の増幅も鐵の再結晶溫度より遙かに低い 300°C 以下の加熱で早くも減退し始める故、これが大部分の晶粒の非常に微小な事 (直徑  $10^{-5}$ cm~ $10^{-6}$ cm) に起因するものでなく、晶粒を構成する結晶格子の内部歪に由來するものと解せられる。

更に鐵粉の燒鈍溫度を高めると、Debye 環は次第に鮮明となり、 $H_2$  氣流中に於て加熱せられたものの場合に於ては、400°C 附近に於て遂にその上に濃い小斑點の點在を示す様になつた。併しこれ等の小斑點は 500°C 邊の燒鈍で一旦完全に消失し、更に 600°C —— 即ち鐵の再結晶溫度——附近の燒鈍から再び出現し始めて燒鈍溫度の上昇と共に其數と大さを増した。尙、今述べた様な燒鈍溫度の高低に伴ふ X 線干涉圖形の變化過程は真空燒鈍の場合でも  $H_2$  氣流中に於ける燒鈍の場合の様に顯著ではないが矢張り認め得たのであつた。

以上述べた諸事實から、少くとも一時間  $H_2$  氣流中に於ける燒鈍の鐵粉内構に及ぼす影響と

- 1) e.g. W. Trzdziewski: Z. S. physik. Chem., 24 (1934), 75, 87; F. Sauerwald: Z. S. anorg. Chem., 123 (1922), 1277; Z. S. Elektrochem., 29 (1923), 79; *ibid.*, 30 (1924), 175; *ibid.*, 31 (1925), 15, 18; *ibid.*, 38 (1932), 33; Z. S. Metallk., 16 (1924), 41; *ibid.*, 20 (1928), 227; *ibid.*, 21 (1929), 22.

して、先づ最初原料鉄粉を構成する晶粒の大部分  $10^{-4}$ cm 程度であつたのが、焼鈍温度  $400^{\circ}\text{C}$  附近に於ては一部分  $10^{-3}$ cm 程度のものに發達するに拘らず、 $500^{\circ}\text{C}$  附近では却つて舊の  $10^{-4}$ cm 程度のものばかりとなり、 $600^{\circ}\text{C}$  を超ゑると再び  $10^{-3}$ cm 程度のものに成長し始める事が推定出来る。

### 實 驗 結 果 の 考 察

前述の實驗結果を考察すると、先づ本實驗に用ひた原料鉄粉は其製法、粒度等を可なり異にするに拘らず、何れも直径  $10^{-4}$ cm 程度の晶粒の不規則な聚積より成れる所謂多結晶組織のもので、酷なる粉碎工作のため部分的ではあるが、相當な内部歪を受けて居る事が判る、更に之等の粉末を焼鈍した場合、少くとも此操作が  $\text{H}_2$  氣流中で行はれたなれば、前記の内部歪（即ち結晶格子内原子のポテンシャル閾の低下）は加熱温度  $300^{\circ}\text{C}$  以下でも次第に除去せられるものと思はれる。新らしい結晶核の生成も此内部歪を強く受けた部分に於てのみ  $400^{\circ}\text{C}$  以下の焼鈍で開始せられるが、焼鈍温度を  $500^{\circ}\text{C}$  附近迄高めた場合には此結晶核の生成は益々盛んになる結果、個々の核の成長を相互の干涉により却つて阻害する事が推定出来る。併し焼鈍温度が更に高く、 $600^{\circ}\text{C}$  を超ゑれば、多少なりとも歪を包藏して居た在來の晶粒は悉く新らしい結晶核の生成と成長とに侵蝕せられ茲に廣範圍に亙る再結晶現象を起すものと解せられる。尚、斯くの如き鐵粉末の内構變化過程は真空中に於ても矢張り起るが、 $\text{H}_2$  氣流中に於けるよりも可なり遅延するものと見做す事が出来る。

## 多糖類の集成機構に關する研究

第 6 報 甘藷フォスホリラーゼによる葡萄糖磷酸  
エステルの調製

第 7 報 南瓜の葉のフォスホリラーゼの分解作用  
と合成作用

第 8 報 南瓜果のフォスホリラーゼの分解作用と  
合成作用

井 上 吉 之  
小 野 寺 幸 之 進

著者等は第 1 報に於て甘藷粗汁液中にフォスホリラーゼの存在する事を確認しそれについ